

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

#5

09/913.613 F50

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 12 APR 2000	
WIPO	PCT

DE00 / 329

## Bescheinigung

Die Phoenix Aktiengesellschaft in Hamburg/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Weiche thermoplastische Vulkanisate und Verfahren zur Herstellung"

am 15. Februar 1999 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig die Symbole C 08 L, C 08 K und B 29 B der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 14. März 2000

**Deutsches Patent- und Markenamt**

**Der Präsident**

Im Auftrag

Aktenzeichen: 199 06 002.9

Nietiedt





## Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine neuartige weiches thermoplastisches Vulkanisat. Thermoplastische Vulkanisate sind ein Blend, bestehend aus einem thermoplastischen Kunststoff und einem vernetzten Elastomeren. Die Vernetzung des Elastomeren geschieht durch dynamische Vulkanisation. Unter dem Begriff dynamische Vulkanisation versteht man ein Verfahren, bei dem der thermoplastische Kunststoff, der Kautschuk und das Vernetzersystem mastifiziert werden, während der Kautschuk vernetzt. Beispiele für dynamisch vernetzte thermoplastische Elastomere und das Verfahren der dynamischen Vulkanisation sind in den Patenten US-A-4130535 und US-A-4311628 (beide Monsanto) beschrieben. In der Offenlegungsschrift DE-2632654 (Monsanto) ist ein Blend aus einem Thermoplastischen Polyolefin, einem EPDM-Kautschuk und einem beliebigen aus US-3806558 (Uniroyal) bekannten Vernetzersystem beschrieben. Der Kautschuk ist bis zu einem solchen Ausmaß vulkanisiert, daß er nicht mehr als etwa drei Prozent in Cyclohexan bei 23°C extrahierbaren Kautschuk enthält. GB-A-2007683 (Monsanto) beschreibt ein thermoplastisches Elastomer, beinhaltend ein thermoplastisches kristallines Polyolefinharz und vulkanisiertes EPDM. Die Vernetzung des Kautschuk erfolgt mit einem Phenolharz. Der erzielte Vernetzungsgrad ist größer als 97%. In der WO 98/58020 wird ein TPE-Blend auf Basis eines thermoplastischen Olefins, eines EPDM-Kautschuks und einem Ethylen-Octen Copolymeren (EOC) beschrieben. Die in diesem Patent beschriebenen thermoplastischen Vulkanisate werden ohne weichmachende Öle hergestellt. Desweiteren wird ein neuartiges Vernetzungssystem eingesetzt. Das Vernetzungssystem besteht aus einem Phenolharz und einem Oxid auf Basis Mg, Pb, Zn. Dieses System führt erfindungsgemäß zu einem teilweisen Vernetzen des EOC. Nachteilig an dem beschriebenen TPE ist die Rezepturbedingte hohe Ölquellung. Desweiteren wird durch ein teilweises Vernetzen des EOC die Fließfähigkeit verschlechtert. Aufgrund des hohen Polymergehalts ist mit erhöhten Rohstoffkosten zu rechnen.

15.02.99

- 2 -

In EP-0107635B2 (Monsanto) wird darauf verwiesen, daß die bis dahin üblichen Mischverfahren zur Herstellung der dynamisch vulkanisierten thermoplastischen Elastomere nicht dazu geeignet sind, weiche Mischungen mit guter Extrudierbarkeit herzustellen. Es wird ein Einstufenverfahren im gleichsinnig drehenden Doppelschneckenextruder beschrieben, welches bei hohen Schergeschwindigkeiten  $> 2000s^{-1}$  und einer Verweilzeit  $< 2$  min die Fertigung gut extrudierbarer weicher thermoplastischer Elastomere ermöglicht.

Die Entwicklung und Produktion von kostengünstigen weichen thermoplastischen Vulkanisaten ist für das weitere Vordringen der TPE in Anwendungsgebiete der klassischen Elastomere besonders wichtig. Unter weichen thermoplastischen Vulkanisaten sollen im folgenden Materialien mit einer Härte kleiner 65 Shore A verstanden werden. Da die Ölaufnahme der Kautschukphase begrenzt ist, lassen sich durch die Zugabe von Weichmacherölen minimal Härten von ca. 50 Shore A bei thermoplastischen Vulkanisaten auf Basis EPDM/PP erreichen (siehe auch EP 0 757 077 A1). Bereits in diesem Härtebereich führt der zunehmende Ölanteil zu einem Abfall der mechanischen Eigenschaften und zu erhöhten Fogging-Werten. Auch ein Ausschwitzen des Öles an die Formteilerfläche ist möglich. Folgende Daten sollen hier beispielhaft erwähnt werden. Bezogen auf 100 Teile Kautschuk enthält ein thermoplastisches Vulkanisat mit einer Härte von 50 Shore A ca. 150 - 200 Teile Öl. Um den verfahrenstechnischen Aufwand beim Einmischen des Weichmacheröles in einem wirtschaftlich vertretbarem Rahmen zu halten, werden bevorzugt öloverstreckte EPDM-Kautschuke eingesetzt. Ein Nachteil ist aber auch hierbei, daß die öloverstreckten EPDM-Typen im Verhältnis zu den unverstreckten EPDM-Typen teurer sind. Die am Markt erhältlichen mit 75 bzw. 100 Teilen öloverstreckten EPDM-Typen enthalten zudem aromatenhaltige Weichmacheröle, so daß bei Bewitterung eine Verfärbung eintritt. Besonders problematisch ist daher die Herstellung von hellen, weichen thermoplastischen Vulkanisaten. Bei den am Markt vorhandenen dynamischen Vulkanisaten auf Basis EPDM / PP kann die Verfärbung nur durch einen entsprechend großen rohstoffseitigen Aufwand begrenzt aber nicht komplett unterbunden werden.

Die Zugabe von Styrolblockcopolymeren, die ebenfalls zu einer Reduzierung der Härte führt, ist teuer und reduziert zudem die Bewitterungsstabilität.

15.02.99

- 3 -

In den nachfolgend aufgeführten Patentanmeldungen bzw. Patenten werden Rezepturen und Verfahrensvarianten vorgestellt, die die Fertigung von weichen thermoplastischen Vulkanisaten erlauben. In EP 0 757 077 A1 ist ein sehr weiches thermoplastisches Vulkanisat (< 60 Shore A bevorzugt < 45 Shore A) beschrieben. Dieses Vulkanisat besteht aus zwei vulkanisierten Kautschuken EPDM und BR bzw. SBR bzw. CR und einer größeren Menge Prozeßöl. Die vulkanisierten Kautschuke liegen als fein verteilte disperse Phase in der Thermoplastmatrix vor. In der internationalen Patentanmeldung WO 97/39059 wird ein weiches thermoplastisches Vulkanisat mit teilvernetzter Kautschukphase vorgestellt, welches bevorzugt aus einem thermoplastischen Polyethylen oder Polypropylen (Homo- bzw. Copolymer), einem amorphen Polypropylen und einem EPDM bzw. BR-Kautschuk. Die Zugabe des amorphen Polypropylen findet bevorzugt erst nach der dynamischen Vulkanisation des Kautschuks statt.

Da die bisher bekannten thermoplastischen Vulkanisate mit den Nachteilen eines höheren verfahrenstechnischen Aufwandes und /oder hohen Kosten verbunden sind, lag dieser Erfindung die Aufgabe zugrunde ein kostengünstigeres weiches thermoplastisches Vulkanisat (< 65 Shore A) zu entwickeln, welches ohne erhöhten verfahrenstechnischen Aufwand herzustellen ist und eine geringere Verfärbungsneigung bei Bewitterung aufweist.

Beschreibung des erfindungsgemäßen weichen thermoplastischen Vulkanisates:

Die Erfindung betrifft ein neuartiges weiches thermoplastisches Vulkanisat und ein Verfahren zur Herstellung. Das thermoplastische Vulkanisat ist eine Mischung aus einem oder mehreren thermoplastischen Kunststoffen (A), einem Polyethylen (B), einem oder mehreren vulkanisierten Kautschuken (C) einem Weichmacheröl (D) und einem Gemisch pulverförmiger Komponenten (E). Die Mischung enthält 5 - 20 % thermoplastischen Kunststoff (A) bezogen auf die Komponenten A+B+C+D. Das Polyethylen (B) ist ein Very Low Density Polyethylen, nachfolgend VLDPE genannt, mit einer Dichte von 0,88 - 0,91 g/cm<sup>3</sup> bei 20°C oder/ und ein Ultra Low Density Polyethylen, nachfolgend ULDPE genannt, mit einer Dichte von 0,85 - 0,88 g/cm<sup>3</sup> bei 20°C. Das Polyethylen (B) ist bevorzugt unvernetzt. Der Kautschuk (C) ist mindestens teilvernetzt bevorzugt ganz vernetzt.

15.02.99

- 4 -

Thermoplastischer Kunststoff (A)

Der oder die eingesetzten Kunststoffe können beliebige thermoplastische Kunststoffe sein. Zu nennen sind z.B. Polystyrol, Polyamid, Polyester. Der bevorzugt eingesetzte Kunststoff ist ein Polypropylen Homopolymer, Copolymer oder Blockpolymer. Das Polypropylen weist bevorzugt eine hohe Kristallinität auf.

Polyethylen (B)

Die Polyethylenkomponente ist ein VLDPE mit einer Dichte bei 20 °C von 0,88 - 0,91 g/cm<sup>3</sup> und/ oder ein ULDPE mit einer Dichte bei 20°C von 0,85 - 0,88 g/cm<sup>3</sup>

Vulkanisierter Kautschuk (C)

Der eingesetzte vulkanisierte Kautschuk kann jeder EPDM-Kautschuk sein. Der dritte Monomer kann Hexadien 1,4 , Dicyclopentadien oder Ethylen-Norbornene sein. Bevorzugt wird EPDM mit Ethylen-Norbornene eingesetzt. Am meisten bevorzugt sind pelletförmige, rieselfähige EPDM-Typen. Für die Vulkanisation des Kautschuks eignet sich jedes bekannte Vernetzungssystem. Beispielfhaft sollen hier Peroxid-, Silan-, Phenolharz- und Strahlenvernetzung erwähnt werden.

Bei dem erfindungsgemäßen thermoplastischen Vulkanisat liegt die Komponente B bevorzugt nicht vernetzt vor. Da Polyethylen durch Strahlen, Peroxide und Silane vernetzbar ist, wurde ein Vernetzersystem auf Phenolharzbasis ausgewählt. Als Beschleuniger wird ein Zinndichlorid eingesetzt.

Der Kautschuk (C) weist bevorzugt einen Vernetzungsgrad > 90 % auf. Am meisten bevorzugt weist der Kautschuk (C) einen Vernetzungsgrad von > 95 % auf. Eine Methode zur Bestimmung des Vernetzungsgrades wird in Patent US 4.311.628 beschrieben.

Weichmacheröl (D)

15.02.99

- 5 -

Zum Verstrecken des Kautschuks kann jedes geeignete paraffinische oder naphthalische Öl eingesetzt werden. Bevorzugt werden paraffinische Weichmacheröle mit einem Aromatenanteil von < 4 % eingesetzt. Am meisten bevorzugt werden aromatenfreie paraffinische Weichmacheröle eingesetzt.

#### Pulvergemisch (E)

In dem Pulvergemisch können alle pulverförmigen Komponenten enthalten sein, die das Eigenschaftsbild und die Kosten des thermoplastischen Vulkanisates positiv beeinflussen. Dies sind zum Beispiel Füllstoffe, Alterungsschutzmittel, UV-Stabilisatoren, UV-Absorber, Farbpigmente, Flammenschutzmittel, Vernetzungshilfsmittel und Prozeßhilfsmittel.

Das erfindungsgemäße thermoplastische Vulkanisat enthält 25 - 60 % Kautschuk (C) bezogen auf die Komponenten A+B+C+D. Mehr bevorzugt enthält das erfindungsgemäße thermoplastische Vulkanisat 35 - 50 % Kautschuk (C).

Der Anteil des Polypropylens (A) beträgt 5 - 20 % bezogen auf die Komponenten A+B+C+D.

Der Anteil des Polyethylens (B) beträgt 2 - 30 % bezogen auf die Komponenten A+B+C+D, zweckmäßigerweise 5 - 25 %.

Der Anteil des bevorzugt aromatenfreien paraffinischen Weichmacheröles beträgt 20 - 60 % bezogen auf die Komponenten A+B+C+D. Mehr bevorzugt enthält das erfindungsgemäße thermoplastische Vulkanisat 25 - 40 % Weichmacheröl.

Das erfindungsgemäße thermoplastische Vulkanisat weist eine angenehme gummiähnliche Haptik auf. Die Festigkeiten liegen über dem Niveau gleichharter ausschließlich mit Öl gestreckter thermoplastischer Vulkanisate. Durch die Substitution von Weichmacheröl (D) durch Polyethylen (B) bei gleichzeitiger Reduzierung des Polypropylenanteils (A) ist es möglich, auch weiche thermoplastische Vulkanisate kostengünstig im Einstufenprozeß auf einem Schnecken- oder Walzensystem herzustellen. Besonders durch den Einsatz eines unverstreckten rieselfähigen EPDM's



15.02.99

- 7 -

- Zugabe des oder der thermoplastischen Kunststoffe (A) und des Polyethylens (B)
- Aufschmelzen und Dispergieren der thermoplastischen Kunststoffe (A) des Polyethylens (B)
- Homogenisieren der Schmelze
- Zugabe des Vulkanisationsmittels
- dynamisches Vulkanisieren des Kautschuks (C) unter hohen Scher- und Dehnungsgeschwindigkeiten entlang eines Walzen- oder Schneckensystems
- Entgasen der dynamisch vulkanisierten Schmelze unter Vakuum
- Granulieren des ausgeformten thermoplastischen Vulkanisates

Alle beschriebenen Verfahrensschritte werden in einer Stufe auf einem Schneckensystem oder einem Walzensystem durchgeführt. Selbstverständlich ist es auch möglich, in zwei oder mehr Stufen zu arbeiten. Dies würde aber nicht dem erfindungsgemäßen Ziel geringer Kosten entsprechen.

Als Verfahrensvariante können die thermoplastischen Kunststoffe (A), das Polyethylen (B), der ungehärtete Kautschuk (C) und die pulverförmigen Mischungsbestandteile in die Einzugsöffnung eingespeist werden.

Nachfolgend wird das erfindungsgemäße thermoplastische Vulkanisat und das Verfahren beispielhaft beschrieben.

Als Versuchslinie wurde ein Berstorff Doppelschneckenextruder ZE 25 mit einer Länge von 54 D und gleichsinnig drehenden Schnecken eingesetzt. Die maximal mögliche Schneckendrehzahl beträgt  $500 \text{ min}^{-1}$ . Die EPDM-Pellets (A) und das Pulvergemisch (E) werden in die Einzugsöffnung des Extruders dosiert. Nach dem Aufschmelzen der Kautschukphase wird das Weichmacheröl (D) eingespritzt und im ersten Drittel des Extruders eingemischt. Weiter stromabwärts wird das Gemisch aus Polypropylen (A)

15.02.99

- 8 -

und Polyethylen (B) zugeführt. Nach dem Aufschmelzen und Homogenisieren der Kunststoffschmelze wird das Phenolharz zugegeben. In der zweiten Hälfte des Extruders erfolgt die dynamische Vulkanisation der Kautschukphase, das Entgasen der Schmelze und der Druckaufbau zum Ausformen. Der Massestrang wird in einem Wasserbecken abgekühlt und anschließend granuliert.

Das Granulat wurde 3 h bei 80 °C getrocknet und anschließend auf einer Spritzgießmaschine zu Prüfkörpern verarbeitet.

In der Tabelle 1 sind beispielhaft einige Mischungsrezepturen zusammengestellt. In Tabelle 2 sind einige Materialdaten der Referenzmischungen und der erfindungsgemäßen Mischungen dargestellt. Für die gemessenen Shore Härten ist zu beachten, daß die an einem spritzgegossenen Prüfkörper ermittelten Härten erfahrungsgemäß 3 - 5 Punkte über den an extrudierten Flachprofilen gemessenen Werten liegen. Mischung I stellt die Ausgangsbasis der Untersuchungen dar. Die mit 100 Teilen paraffinischen Weichmacheröl verstreckte Mischung ohne ULDPE weist eine Härte von ca. 70 Sh A auf. Die Referenzmischungen II und III wurden durch weitere Zugabe des paraffinischen Öles weicher eingestellt. Aufgrund des hohen Ölanteiles mußten diese Mischungen mit einem Zweistufenprozeß hergestellt werden. Die Härte der mit 125 Teilen Öl verstreckten Referenzmischung beträgt ca. 65 Sh A bzw. ca. 60 Sh A bei der Referenzmischung mit 150 Teilen Öl. Die erfindungsgemäßen Rezepturen IV und V wurden mit 100 Teilen Öl verstreckt. Bei Mischung V wurde ein Teil des Polypropylens durch ULDPE ersetzt. Gegenüber Mischung I ist Mischung V bei gleichem Ölanteil ca. 15 Shore weicher. Die Festigkeit der erfindungsgemäßen Mischung V ist mit dem Wert der härteren Mischung II vergleichbar. Bei Mischung IV wurde der Anteil der thermoplastischen Phase von 50 auf 60 Teile erhöht. Hierdurch konnte die Prozeßsicherheit bei der Herstellung des thermoplastischen Vulkanisates erhöht werden ohne die Härte der Mischung ansteigen zu lassen. Die Härte dieser erfindungsgemäßen Mischung liegt 10 Shore unter der Mischung I. Die Zug- und Druckverformungswerte der erfindungsgemäßen Mischungen sind vergleichbar oder besser als bei den Referenzmischungen.

15.02.99

- 9 -

Tabelle 1

[pbw]	I	II	III	IV	V
EPDM	100	100	100	100	100
PP	50	50	50	35	30
ULDPE	-	-	-	25	20
Weichmacher	100	125	150	100	100
Kaolin	32	32	32	32	32
Zinkoxid	4	4	4	4	4
Zinndichlorid	1	1	1	1	1
Phenolharz	6	6	6	6	6

Tabelle 2

		I	II	III	IV	V
Härte Shore A	[Skt]	70	65	62	60	57
Reißfestigkeit	[N/mm <sup>2</sup> ]	4,3	3,3	2,8	3,4	3,2
Reißdehnung	[%]	233	229	209	180	196
DVR (25%/22h/RT)	[%]	21	22	21	19	16
DVR (25%/22h/70°C)	[%]	33	34	35	37	31
DVR (25%/22h/100°C)	[%]	44	41	44	40	33
ZVR (25%/22h/RT)	[%]	-	23	22	22	18

15.02.99

- 10 -

## Patentansprüche

1. Thermoplastisches Vulkanisat, bestehend aus einem thermoplastischen Kunststoff (A), einem Polyethylen (B), einem vulkanisierten Kautschuk (C) einem Weichmacheröl (D) und einem Gemisch aus pulverförmigen Komponenten (E), dadurch gekennzeichnet, daß die Mischung 5 - 20 % thermoplastischen Kunststoff (A) bezogen auf die Summe der Komponenten A+B+C+D enthält.
2. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Polyethylen (B) ein VLDPE mit einer Dichte von 0,88 g/cm<sup>3</sup> bei 20 °C oder / und ein ULDPE mit einer Dichte von 0,85 - 0,88 g/cm<sup>3</sup> bei 20 °C ist.
3. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der thermoplastische Kunststoff (A) ein Polypropylen- homo, - block,- oder copolymer ist.
4. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil des Polyethylen (B) 5 - 25 % bezogen auf die Komponenten A+B+C+D beträgt.
5. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der vulkanisierte Kautschuk (C) ein EPDM-Kautschuk ist.
6. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das EPDM in frei fließender Form als Pellet, Granulat oder Crump vorliegt.
7. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil des vulkanisierten EPDM 35 - 50 % bezogen auf die Summe der Komponenten A+B+C+D beträgt.
8. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Kautschuk (C) einen Vernetzungsgrad > 95 % aufweist.

15.02.99

- 11 -

9. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß ein Vernetzungssystem bestehend aus einem Phenolharz und einem Zinndichlorid eingesetzt wird.
10. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Weichmacheröl (D) ein paraffinisches Öl mit einem Aromatenanteil  $< 4\%$  ist mehr bevorzugt ein aromatenfreies paraffinisches Weichmacheröl ist.
11. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil des Weichmacheröles (D) 20 - 60 % bezogen auf die Summe der Komponenten A+B+C+D beträgt.
12. Verfahren zur Herstellung eines thermoplastischen Vulkanisates nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Kautschuk (C) zunächst mit dem Pulvergemisch (E) und dem Weichmacheröl (D) vermischt wird.
13. Verfahren zur Herstellung eines thermoplastischen Vulkanisates nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß das Gemisch der pulverförmigen Komponenten (E) und das Weichmacheröl (D) im ersten Drittel eines Schneckenextruders oder Walzenextruders in den unvulkanisierten Kautschuk (C) eingemischt wird.
14. Verfahren zur Herstellung eines thermoplastischen Vulkanisates nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß das Gemisch aus Polypropylen (A) und Polyethylen (B) nach dem ersten Drittel des Extruders zugegeben wird.
15. Verfahren zur Herstellung eines thermoplastischen Vulkanisates nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Zugabe des Phenolharzes, die dynamische Vulkanisation der Kautschukphase (C), das Entgasen der Kunststoffschmelze und der Druckaufbau zum Ausformen des erfindungsgemäßen thermoplastischen Vulkanisates in der zweiten Hälfte des Schneckenextruders oder Walzenextruders erfolgt.

15.02.99

- 11 -

9. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß ein Vernetzungssystem bestehend aus einem Phenolharz und einem Zinndichlorid eingesetzt wird.
10. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Weichmacheröl (D) ein paraffinisches Öl mit einem Aromatenanteil  $< 4\%$  ist mehr bevorzugt ein aromatenfreies paraffinisches Weichmacheröl ist.
11. Thermoplastisches Vulkanisat nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil des Weichmacheröles (D) 20 - 60 % bezogen auf die Summe der Komponenten A+B+C+D beträgt.
12. Verfahren zur Herstellung eines thermoplastischen Vulkanisates nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Kautschuk (C) zunächst mit dem Pulvergemisch (E) und dem Weichmacheröl (D) vermischt wird.
13. Verfahren zur Herstellung eines thermoplastischen Vulkanisates nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß das Gemisch der pulverförmigen Komponenten (E) und das Weichmacheröl (D) im ersten Drittel eines Schneckenextruders oder Walzenextruders in den unvulkanisierten Kautschuk (C) eingemischt wird.
14. Verfahren zur Herstellung eines thermoplastischen Vulkanisates nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß das Gemisch aus Polypropylen (A) und Polyethylen (B) nach dem ersten Drittel des Extruders zugegeben wird.
15. Verfahren zur Herstellung eines thermoplastischen Vulkanisates nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Zugabe des Phenolharzes, die dynamische Vulkanisation der Kautschukphase (C), das Entgasen der Kunststoffschmelze und der Druckaufbau zum Ausformen des erfindungsgemäßen thermoplastischen Vulkanisates in der zweiten Hälfte des Schneckenextruders oder Walzenextruders erfolgt.

15.02.99

- 12 -

16. Verfahren zur Herstellung eines thermoplastischen Vulkanisates nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischungsherstellung im Einstufenprozeß erfolgt.

15.02.99



1539 Px

## Weiche Thermoplastische Vulkanisate und Verfahren zur Herstellung

### Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein neuartiges weiches thermoplastisches Elastomer und ein Verfahren zur Herstellung. Die thermoplastische Elastomermasse ist eine Mischung aus einem oder mehreren thermoplastischen Kunststoffen (A), einem Polyethylen (B), einem oder mehreren vulkanisierten Kautschuken (C), einem Weichmacheröl (D) und einem Gemisch pulverförmiger Komponenten (E). Die Mischung enthält 5 - 20 % thermoplastischen Kunststoff (A) bezogen auf die Komponenten A+B+C+D. Das Polyethylen (B) ist ein VLDPE mit einer Dichte von 0,88 - 0,91 g/cm<sup>3</sup> bei 20°C oder/ und ein ULDPE mit einer Dichte von 0,85 - 0,88 g/cm<sup>3</sup> bei 20°C. Das Polyethylen (B) ist unvernetzt. Der Kautschuk (C) ist mindestens teilvernetzt.



15.02.99

1/1

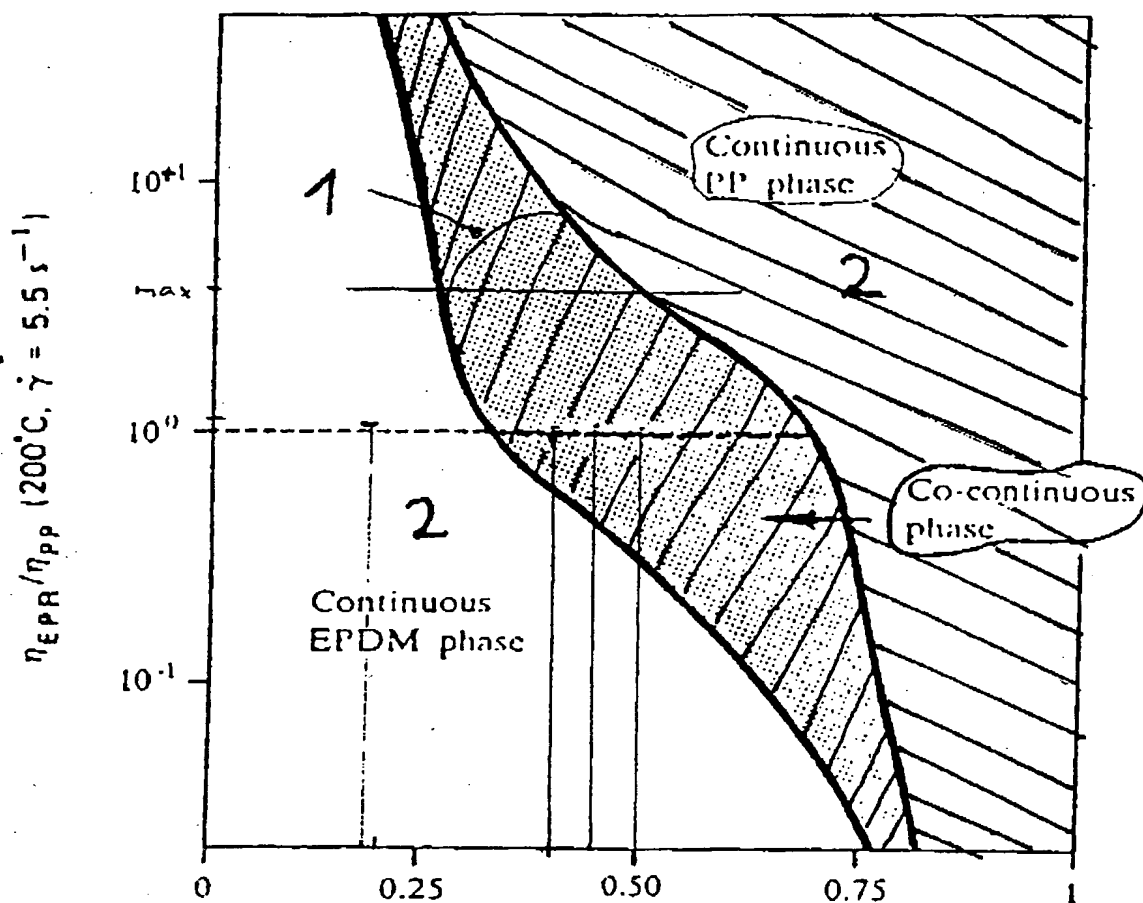


Fig. 1 Weight fraction of PP  
 (= Verhältnis  $\frac{\text{Thermoplast}}{\text{Kautschuk}}$ )

1 Morphologiebildung möglich

2 Morphologiebildung nicht möglich

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**